

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-044388

(43)Date of publication of application : 15.02.2000

(51)Int.Cl.

C30B 29/06  
H01L 21/208

(21)Application number : 10-229337

(71)Applicant : SHIN ETSU HANDOTAI CO LTD

(22)Date of filing : 30.07.1998

(72)Inventor : SAKURADA MASAHIRO  
IIIDA MAKOTO  
OTA TOMOHIKO

## (54) SILICON SINGLE CRYSTAL WAFER AND ITS PRODUCTION

### (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To produce using CZ method under stable conditions a silicon single crystal wafer having OSF or OSF nuclei on the whole crystal surface or the whole crystal surface except the outer peripheral part when subjected to thermal oxidation treatment and having gettering ability as well.

**SOLUTION:** This silicon single crystal wafer is produced according to the following procedure: during crystal growth process, the in-oven temperature of a production unit used is controlled in such a manner that  $\Delta G$  stands at  $\leq 0$  when  $\Delta G$  is defined as:  $\Delta G = (G_e - G_c)$  [ $G$  is the temperature gradient between the crystal melting point and  $1,400^\circ \text{C}$  in the vicinity of the solid-liquid interface in the crystal (magnitude of temperature change/length in the direction of crystal axis) ( $^\circ \text{C}/\text{cm}$ );  $G_c$  is the temperature gradient at the central part of the crystal;  $G_e$  is the temperature gradient of the peripheral part of the crystal], and the resulting single crystal is pulled up under control within the range between the pull-up rate corresponding to the minimum value of the inside line of OSF region and that corresponding to the maximum value of the outside line of the OSF region when the OSF region represents band-like inverse M shape or U-shape in the diagram showing crystal defect distribution with crystal diameter as abscissa and pull-up rate as ordinate.

### LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

13.01.2005

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

BEST AVAILABLE COPY

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号  
特開2000-44388  
(P2000-44388A)

(43) 公開日 平成12年2月15日 (2000.2.15)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テームコード (参考)
C 3 0 B 29/06	5 0 2	C 3 0 B 29/06	5 0 2 H 4 G 0 7 7
H 0 1 L 21/208		H 0 1 L 21/208	P 5 F 0 5 3

審査請求 未請求 請求項の数12 F D (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願平10-229337

(22) 出願日 平成10年7月30日 (1998.7.30)

(71) 出願人 000190149

信越半導体株式会社

東京都千代田区丸の内1丁目4番2号

(72) 発明者 桜田 昌弘

福島県西白河郡西郷村大字小田倉字大平

150番地 信越半導体株式会社白河工場内

(72) 発明者 飯田 誠

群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越半

導体株式会社半導体磯部研究所内

(74) 代理人 100102532

弁理士 好宮 幹夫

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 シリコン単結晶ウエーハ及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 熱酸化処理をした際に結晶全面あるいは外周部を除いた全面にOSFまたはOSFの核が存在し、かつゲッタリング能力を有するCZ法によるシリコン単結晶ウエーハを安定した製造条件下に製造する。

【解決手段】 結晶成長時に、結晶中の固液界面近傍の融点から1400°Cの間の温度勾配をG (温度変化量/結晶軸方向長さ) [°C/cm] とし、結晶中心部分の温度勾配G<sub>c</sub>と結晶周辺部分の温度勾配G<sub>e</sub>との差をΔG = (G<sub>e</sub> - G<sub>c</sub>) で表した時、ΔGが0または負となるように、用いる装置の炉内温度を制御し、かつ結晶直径を横軸に、引上げ速度を縦軸として欠陥分布を示した分布図において、OSF領域が帯状逆M字型またはU字型を形成する時、OSF領域の内側ラインの最小値に対応する引上げ速度と、OSF領域の外側ラインの最大値に対応する引上げ速度の範囲内に制御しながら結晶を引上げるシリコン単結晶の製造方法。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 チョクラスキー法により育成されたシリコン単結晶ウェーハであって、熱酸化処理をした際に結晶全面あるいは外周部を除いた全面にOSFまたはOSFの核が存在することを特徴とするシリコン単結晶ウェーハ。

【請求項2】 チョクラスキー法により育成されたシリコン単結晶ウェーハであって、熱酸化処理をした際にウェーハ全面の90%以上の面積にOSFまたはOSFの核が存在することを特徴とするシリコン単結晶ウェーハ。

【請求項3】 前記請求項1または請求項2に記載したシリコン単結晶ウェーハであって、FPD、COP及びL/Dがウェーハ全面内に存在しないことを特徴とするシリコン単結晶ウェーハ。

【請求項4】 前記ウェーハの酸素濃度が24ppma未満であることを特徴とする請求項1ないし請求項3のいずれか1項に記載したシリコン単結晶ウェーハ。

【請求項5】 前記熱酸化処理をした際に発生するOSFの密度が100個/cm<sup>2</sup>以下であることを特徴とする請求項1ないし請求項4のいずれか1項に記載したシリコン単結晶ウェーハ。

【請求項6】 請求項1ないし請求項5に記載したシリコン単結晶ウェーハを基板とすることを特徴とするエピタキシャルウェーハ。

【請求項7】 チョクラスキー法によってシリコン単結晶を製造する場合において、育成されるシリコン単結晶が結晶成長時に、結晶中の固液界面近傍の融点から1400℃の間の温度勾配をG（温度変化量/結晶軸方向長さ）[℃/cm]とし、結晶中心部分の温度勾配G<sub>c</sub> [℃/cm]と結晶周辺部分の温度勾配G<sub>e</sub> [℃/cm]との差を $\Delta G = (G_e - G_c)$ で表した時、 $\Delta G$ が0または負となるように、用いる装置の炉内温度を制御し、かつ結晶直径を横軸に、引上げ速度を縦軸として欠陥分布を示した欠陥分布図において、OSF領域が帯状逆M字型またはU字型を形成する時、OSF領域の内側ラインの最小値に対応する引上げ速度と、OSF領域の外側ラインの最大値に対応する引上げ速度の範囲内に制御しながら結晶を引上げることを特徴とするシリコン単結晶の製造方法。

【請求項8】 前記チョクラスキー法によるシリコン単結晶を製造する場合に、磁場を印加するMCZ法を用いることを特徴とする請求項7に記載したシリコン単結晶の製造方法。

【請求項9】 前記MCZ法によるシリコン単結晶を製造する場合に、横磁場で2000Gauss以上の磁場を印加することを特徴とする請求項8に記載したシリコン単結晶の製造方法。

【請求項10】 前記結晶成長時の引上げ速度の精度を、結晶定径部の成長長さ10cmごとに算出した引上

げ速度の平均値 $\pm 0.01$  [mm/min]以内とすることを特徴とする請求項7ないし請求項9のいずれか1項に記載したシリコン単結晶の製造方法。

【請求項11】 前記炉内温度を制御するために、引上げ装置内に環状固液界面断熱材を設け、これと融液表面との間隔を5~10cmに設定することを特徴とする請求項7ないし請求項10のいずれか1項に記載したシリコン単結晶の製造方法。

【請求項12】 請求項7ないし請求項11の方法で得られたシリコン単結晶から得られるシリコン単結晶ウェーハを基板として、エピタキシャル層を成長することを特徴とするエピタキシャルウェーハの製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、結晶欠陥が少なく、ゲッター能力を備えたシリコン単結晶ウェーハ及びその製造方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】近年は、半導体回路の高集積化に伴う素子の微細化に伴い、その基板となるチョクラスキー法（以下、CZ法と略記する）で作製されたシリコン単結晶に対する品質要求が高まってきている。特に、FPD、LSTD、COP等のグローニン（Grown-in）欠陥と呼ばれる酸化膜耐圧特性やデバイスの特性を悪化させる、単結晶成長起因の欠陥が存在しその密度とサイズの低減が重要視されている。

【0003】これらの欠陥を説明するに当たって、先ず、シリコン単結晶に取り込まれるベイカンシイ（Vacancy、以下Vと略記することがある）と呼ばれる空孔型の点欠陥と、インタースティシアルーシリコン（Interstitial-Si、以下Iと略記することがある）と呼ばれる格子間型シリコン点欠陥のそれぞれの取り込まれる濃度を決定する因子について、一般的に知られていることを説明する。

【0004】シリコン単結晶において、V領域とは、Vacancy、つまりシリコン原子の不足から発生する凹部、穴のようなものが多い領域であり、I領域とは、シリコン原子が余分に存在することにより発生する転位や余分なシリコン原子の塊が多い領域のことであり、そしてV領域とI領域の間には、原子の不足や余分が無い（少ない）ニュートラル（Neutral、以下Nと略記することがある）領域が存在していることになる。そして、前記グローニン欠陥（FPD、LSTD、COP等）というのは、あくまでもVやIが過飽和な状態の時に発生するものであり、多少の原子の偏りがあっても、飽和以下であれば、欠陥としては存在しないことが判ってきた。

【0005】この両点欠陥の濃度は、CZ法における結晶の引上げ速度（成長速度）と結晶中の固液界面近傍の温度勾配Gとの関係から決まり、V領域とI領域との境

界近辺にはOSF（酸化誘起積層欠陥、Oxidation Induced Stacking Fault）と呼ばれる欠陥が、結晶成長軸に対する垂直方向の断面で見た時に、リング状に分布（以下、OSFリングということがある）していることが確認されている。

【0006】これら結晶成長起因の欠陥は、通常の結晶中固液界面近傍の温度勾配Gが大きい炉内構造（ホットゾーン：HZということがある）を使用したCZ引上げ機で結晶軸方向に成長速度を高速から低速に変化させた場合、図5に示したような欠陥分布図として得られる。

【0007】そしてこれらを結晶径方向（面）で分類すると、図6に示したように、例えば成長速度が0.6mm/min前後以上と比較的高速の場合には、空孔タイプの点欠陥が集合したボイド起因とされているFPD、LSTD、COP等のグローニン欠陥が結晶径方向全域に高密度に存在し、これら欠陥が存在する領域はV-リッチ領域と呼ばれている（図5のライン（A）、図6（A）参照）。また、成長速度が0.6mm/min以下の場合には、成長速度の低下に伴い、OSFリングが結晶の周辺から発生し、このリングの外側に転位ループ起因と考えられているL/D（Large Dislocation：格子間転位ループの略号、LSEPD、LFPD等）の欠陥が低密度に存在し、これら欠陥が存在する領域はI-リッチ領域（L/D領域ということがある）と呼ばれている。さらに、成長速度を0.4mm/min前後以下と低速にすると、OSFリングがウェーハの中心に凝集して消滅し、全面がI-リッチ領域となる（図5のライン（C）、図6（C））。

【0008】また、最近V-リッチ領域とI-リッチ領域の中間でOSFリングの外側に、N領域と呼ばれる、空孔起因のFPD、LSTD、COPも、転位ループ起因のLSEPD、LFPDも存在しない領域の存在が発見されている。この領域はOSFリングの外側にあり、そして、酸素析出熱処理を施し、X-ray観察等で析出のコントラストを確認した場合に、酸素析出がほとんどなく、かつ、LSEPD、LFPDが形成されるほどリッチではないI-リッチ領域側であると報告している（図5のライン（B）、図6（B）参照）。

【0009】そして、従来のCZ引上げ機ではウェーハの極一部にしか存在しないN領域を、引上げ機の炉内温度分布を改良し、引上げ速度を調節して、V/G値（単結晶引上げ速度をV[mm/min]とし、シリコンの融点から1300℃の間の引上げ軸方向の結晶内温度勾配の平均値をG[℃/mm]とすると、V/Gで表わされる比）を0.20～0.22mm<sup>2</sup>/℃・minとしてウェーハ全面及び結晶全長に対して制御すれば、N領域をウェーハ全面に広げることが可能であると提案（特開平8-330316号公報）している。

【0010】しかしながら、このような極低欠陥領域を結晶全体に広げて製造しようとする、この領域がI-

リッチ領域側のN領域のみに限定されるため、製造条件の上で制御範囲が極めて狭く、実験機ならともかく生産機では精密制御が難しく、生産性に難点があって実用的でない。

【0011】一方、現行の通常のシリコン単結晶は、図5に示すように結晶軸方向に成長速度を故意に高速から低速に変化させる操作を行った場合、図6に示したように（A）全面V-リッチ領域型、（B）V-リッチ領域とN-領域の共存型、（C）全面I-リッチ領域型（L/Dリッチ領域型ということがある）及び（D）V-リッチ領域とI-リッチ領域共存型（不図示）が形成され、目的用途に応じて各品質が得られるよう結晶軸方向の成長速度を調整して製造している。

【0012】そしてこれらの内、（A）の全面V-リッチ領域型は標準品として量産されている。（B）のV-N共存型は（A）の改良品として製造されているが、デバイス工程でN-領域は高歩留りであってもV-リッチ領域では低下し、不完全なものである。（C）の全面I-リッチ領域型はパーティクルモニターとして製造しているが、L/Dが障害となり、デバイス作製用としては使用されていない。また、（A）、（C）、（D）各タイプのウェーハは、デバイス工程に投入しても、ウェーハ表面に残存しているサイズが大きい空孔や格子間転位等の影響により、デバイスの歩留りが悪化する傾向がある。

【0013】最近では、（E）タイプ（不図示）として全面N-領域型が提案されており、全面で高歩留りが得られるものの前述したように量産性が低いのが現状である。さらに、（B）、（E）タイプの場合、熱処理しても酸素が析出しないI-リッチ側のN-領域ではゲッタリング能力が不足する場合もあり、必ずしも安定的ではない。一方、シリコン単結晶ウェーハを基板として使用するエピタキシャルウェーハにおいては、ゲッタリング能力向上のために、析出および欠陥の多い基板が望まれている。

【0014】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、このような問題点に鑑みなされたもので、熱酸化処理をした際に結晶全面あるいは外周部を除いた全面にOSFまたはOSFの核が形成され、高いゲッタリング能力を有するCZ法によるシリコン単結晶ウェーハを安定した製造条件下に得ることを目的とする。

【0015】

【課題を解決するための手段】本発明は、前記目的を達成するために為されたもので、本発明の請求項1に記載した発明は、チョクラルスキー法により育成されたシリコン単結晶ウェーハであって、熱酸化処理をした際に結晶全面あるいは外周部を除いた全面にOSFまたはOSFの核が存在するシリコン単結晶ウェーハである。このように、本発明のウェーハは、OSFあるいはその潜在

核が結晶全面あるいは外周部を除いた全面に形成されたことにより、ゲッタリング能力が著しく向上したものとなった。

【0016】そして、本発明の請求項2に記載した発明は、チョクラルスキー法により育成されたシリコン単結晶ウェーハであって、熱酸化処理をした際にウェーハ全面の90%以上の面積にOSFまたはOSFの核が存在するシリコン単結晶ウェーハである。

【0017】この場合、請求項3に記載したように、請求項1または請求項2に記載したシリコン単結晶ウェーハであって、FPD、COP及びL/Dがウェーハ全面内に存在しないシリコン単結晶ウェーハである。

【0018】また、請求項4に記載したように、ウェーハの酸素濃度が24ppma (ASTM' 79値)未満であることが好ましい。このようにすると、熱酸化処理をした際にOSFの核は存在するが、OSFは発生せず、かつ、FPD、COP、L/D等がウェーハ全面内に存在しないシリコン単結晶ウェーハとなる。

【0019】さらに、請求項5に記載したように、前記熱酸化処理をした際に発生するOSFの密度が100個/cm<sup>2</sup>以下であるという極低欠陥のシリコン単結晶ウェーハである。この程度のOSF密度ならば、エピタキシャル層の結晶性に悪影響を及ぼすことはない。

【0020】本発明の請求項6に記載した発明は、請求項1ないし請求項5に記載したシリコン単結晶ウェーハを基板としたエピタキシャルウェーハであり、ゲッタリング能力に優れており、高抵抗のp型基板でもゲッタリングが十分に実現できる。

【0021】そして、このようなシリコン単結晶ウェーハの製造方法としては、本発明の請求項7に記載したように、チョクラルスキー法によってシリコン単結晶を製造する場合において、育成されるシリコン単結晶が結晶成長時に、結晶中の固液界面近傍の融点から1400℃の間の温度勾配をG (温度変化量/結晶軸方向長さ) [°C/cm]とし、結晶中心部分の温度勾配G<sub>c</sub> [°C/cm]と結晶周辺部分の温度勾配G<sub>e</sub> [°C/cm]との差を $\Delta G = (G_e - G_c)$ で表した時、 $\Delta G$ が0または負となるように、用いる装置の炉内温度を制御し、かつ結晶直径を横軸に、引上げ速度を縦軸として欠陥分布を示した欠陥分布図において、OSF領域が帯状逆M字型またはU字型を形成する時、OSF領域の内側ラインの最小値に対応する引上げ速度と、OSF領域の外側ラインの最大値に対応する引上げ速度の範囲内に制御しながら結晶を引上げるシリコン単結晶の製造方法である。

【0022】このように、実験・調査の結果を解析して求めた図1の欠陥分布図を元に、シリコンの融点から1400℃の間の引上げ軸方向の結晶内温度勾配Gの結晶中心と結晶周辺との差 $\Delta G$ が0または負となるように用いる装置の炉内温度を制御し、引上げ速度を上記で規定した範囲内に制御しながら結晶を引上げれば、本発明の

ような、熱酸化処理をした際に結晶全面あるいは外周部を除いた全面にOSFまたはOSFの核が存在し、かつ、FPD、COP及びL/D等の欠陥がウェーハ全面内に存在しないシリコン単結晶を製造することができる。

【0023】この場合、請求項8に記載したように、前記チョクラルスキー法によるシリコン単結晶を製造する場合に、磁場を印加するMCZ法を用いれば、より安定してシリコン単結晶を製造することができる。そして特に請求項9に記載したように、前記MCZ法によるシリコン単結晶を製造する場合に、横磁場で2000Gauss以上の磁場を印加すれば、より一層安定性が得られる。

【0024】さらに、請求項10に記載したように、前記結晶成長時の引上げ速度の精度を、結晶定径部(単結晶の直胴部分をいう)の成長長さ10cmごとに算出した引上げ速度の平均値 $\pm 0.01$  [mm/min]以内とすることが望ましい。引上げ速度の精度をこのように高精度にすれば、容易に請求項7ないし請求項9で規定する条件下でシリコン単結晶を安定して製造することができる。

【0025】また、請求項11に記載したように、炉内温度を制御するためには、引上げ装置内に環状固液界面断熱材を設け、この下端と融液表面との間隔を5~10cmに設定すればよい。こうすれば、上記結晶中心部分の温度勾配G<sub>c</sub> [°C/cm]と結晶周辺部分の温度勾配G<sub>e</sub> [°C/cm]との差 $\Delta G = (G_e - G_c)$ が0または負、すなわち結晶周辺の温度勾配と結晶中心の温度勾配が等しいか、あるいは結晶周辺の温度勾配の方が結晶中心より低くなるように炉内温度を制御することができ、OSF分布を帯状逆M字型あるいはU字型にすることができる。

【0026】そして、上記請求項7ないし請求項11に記載のシリコン単結晶の製造方法で製造されたシリコン単結晶をスライスして得られるシリコン単結晶ウェーハ(請求項12)は、これを基板として、エピタキシャル層を成長すれば、ゲッタリング能力に優れたエピタキシャルウェーハを製造することができる。

【0027】以下、本発明につき詳細に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。説明に先立ち各用語につき予め解説しておく。1) FPD (Flow Pattern Defect) とは、成長後のシリコン単結晶棒からウェーハを切り出し、表面の歪み層を弗酸と硝酸の混合液でエッチングして取り除いた後、K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>と弗酸と水の混合液で表面をエッチング (Seccoエッチング) することによりビットおよびさざ波模様が生じる。このさざ波模様をFPDと称し、ウェーハ面内のFPD密度が高いほど酸化膜耐性の不良が増える (特開平4-192345号公報参照)。

【0028】2) SEPD (Secco Etch P

it Defect)とは、FPDと同一のSeccoエッチングを施した時に、流れ模様(flow pattern)を伴うものをFPDと呼び、流れ模様を伴わないものをSEPDと呼ぶ。この中で10 $\mu$ m以上の大きいSEPD(LSEPD)は転位クラスターに起因すると考えられ、デバイスに転位クラスターが存在する場合、この転位を通じて電流がリークし、P-Nジャンクションとしての機能を果たさなくなる。

【0029】3) LSTD(Laser Scattering Tomography Defect)とは、成長後のシリコン単結晶棒からウエーハを切り出し、表面の歪み層を弗酸と硝酸の混合液でエッチングして取り除いた後、ウエーハを劈開する。この劈開面より赤外光を入射し、ウエーハ表面から出た光を検出することでウエーハ内に存在する欠陥による散乱光を検出することができる。ここで観察される散乱体については学会等ですでに報告があり、酸素析出物とみなされている(Jpn. J. Appl. Phys. Vol. 32, P3679, 1993参照)。また、最近の研究では、八面体のポイド(穴)であるという結果も報告されている。

【0030】4) COP(Crystal Originated Particle)とは、ウエーハの中心部の酸化膜耐圧を劣化させる原因となる欠陥で、SeccoエッチではFPDになる欠陥が、SC-1洗浄(NH<sub>4</sub>OH:H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>:H<sub>2</sub>O=1:1:10の混合液による洗浄)では選択エッチング液として働き、COPになる。このビットの直径は1 $\mu$ m以下で光散乱法で調べられる。

【0031】5) L/D(Large Dislocation: 格子間転位ループの略号)には、LSEPD、LFPD等があり、転位ループ起因と考えられている欠陥である。LSEPDは、上記したようにSEPDの中でも10 $\mu$ m以上の大きいものをいう。また、LFPDは、上記したFPDの中でも先端ビットの大きさが10 $\mu$ m以上の大きいものをいい、どちらも転位ループ起因と考えられている。

【0032】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態について、図面を参照しながら詳細に説明する。本発明者らは、先に特願平9-199415号で提案したように、CZ法によるシリコン単結晶成長に関し、V領域とI領域の境界近辺について、詳細に調査したところ、この境界近辺の極く狭い領域にFPD、LSTD、COPの数が著しく少なく、L/Dも存在しないニュートラルな領域があることを発見した。

【0033】そこで、このニュートラルな領域をウエーハ全面に広げることができれば、点欠陥を大幅に減らせると発想し、成長(引上げ)速度と温度勾配の関係の中で、結晶のウエーハ面内では、引上げ速度はほぼ一定で

あるから、面内の点欠陥の濃度分布を決定する主な因子は温度勾配である。つまり、ウエーハ面内で、軸方向の温度勾配に差があることが問題で、この差を減らすことが出来れば、ウエーハ面内の点欠陥の濃度差も減らせることを見出し、結晶中心部の温度勾配G<sub>c</sub>と結晶周辺部分の温度勾配G<sub>e</sub>との差を $\Delta G = (G_e - G_c) \leq 5^\circ\text{C}/\text{cm}$ となるように炉内温度を制御して引上げ速度を調節すれば、ウエーハ全面がN領域からなる欠陥のないウエーハが得られるようになった。

【0034】本発明では、上記のような温度勾配の差 $\Delta G$ が小さいCZ法による結晶引上げ装置を使用し、炉内構造を組み変えて $\Delta G$ を変化させ、引上げ速度を変えて結晶面内を調査した結果、新たに次のような知見を得た。使用した装置の炉内構造は図4(a)に示したように、湯面から環状固液界面断熱材の下端までの間隔を変えて $\Delta G$ を変化させ、単結晶定径部の平均引上げ速度を例えば0.6~0.3mm/minまで、10cm毎に0.05mm/minずつ減速して変化させて、OSFリングが結晶バルク中心で消滅し、L/D領域が形成される様子を調査した。

【0035】その結果を解析して図1に欠陥分布図として示した。横軸は結晶直径方向、縦軸は成長速度である。図1は、 $\Delta G$ が0または負、すなわち結晶周辺の温度勾配G<sub>e</sub>と結晶中心の温度勾配G<sub>c</sub>が等しいか、あるいは結晶周辺の温度勾配G<sub>e</sub>の方が結晶中心の温度勾配G<sub>c</sub>より低い場合で、かつ成長速度が0.48~0.45mm/minの範囲において、OSFが帯状で逆M字型あるいはU字型に分布していることを表している。そしてこの分布の内、成長速度が0.47~0.45mm/minの範囲を結晶面として見ると、図3(a)のように外周部(I-リッチ側のN-領域)を除いた90%以上の面積がOSF領域で、OSFまたはその潜在核が存在するウエーハとなっていることが判る。

【0036】そして、本発明は図1の欠陥分布図において、OSF領域が帯状逆M字型またはU字型を形成する時、OSF領域の内側ラインの最小値に対応する引上げ速度と、OSF領域の外側ラインの最大値に対応する引上げ速度の範囲内に引上げ速度を制御しながら結晶を引上げようというもので、上記の例で具体的に言えば、成長速度を0.47~0.45mm/minの範囲内に設定し、結晶定径部の成長長さ10cmごとに算出した目標成長速度の平均値 $\pm 0.01\text{mm/min}$ 以内となるように高精度に制御して引上げる。こうして得られた単結晶棒を縦割りにし、前記同様欠陥分布を調査した。その結果を図2に示す。図2から明らかなように最適成長速度を維持して引上げた部分はその全長に亘ってOSF領域が円柱状に分布し、OSF領域以外の外周部がI-リッチ側のN-領域であることが判る。

【0037】図3(b)は、こうして得られた単結晶棒の外周のOSF未発生領域(N-領域)を研削して除去

し、スライスして得たウエーハを表しており、面内100%にOSFあるいはその潜在核が存在しているシリコン単結晶ウエーハである。

【0038】逆に $\Delta G$ が0を超えてプラスの場合、すなわち結晶周辺の温度勾配 $G_e$ の方が結晶中心の温度勾配 $G_c$ より高い場合は、成長速度が約0.6~0.4mm/minの範囲において、図5に示したようにOSFは帯状で三日月型に分布しており、図6の結晶面内分布で見ても本発明品のように、全面或は外周部を除いた全面がOSF領域で、ウエーハ全面の90%以上と言った広い面積でOSFまたはその潜在核が存在し、外周部がリーチ側のN-領域で形成されたウエーハが現れることはないことが判る。以上のことは従来の $\Delta G$ がプラス側に大きい結晶上げ装置で実験した場合には発見されず、今回上記の $\Delta G$ が0または負の結晶上げ装置を使用した結晶を調査した結果、発見したものである。

【0039】この調査における引上げ装置の炉内温度については、総合伝熱解析ソフトFEMAG (F. Dupret, P. Nicodeme, Y. Ryckmans, P. Wouters, and M. J. Crochet, Int. J. Heat Mass Transfer, 33, 1849 (1990)) を使用して鋭意解析を行った結果、判明したものである。

【0040】一方、本発明のウエーハに存在するOSFについては、最近の研究からウエーハ全面内で低酸素濃度とした場合には、OSFの核が存在しても熱酸化処理によりOSFを発生することではなく、デバイスに影響を与えないということが判ってきている。この酸素濃度の限界値は、同一の結晶上げ装置を使用して、数種類の酸素濃度レベルの結晶を引上げた結果、ウエーハ全面内の酸素濃度が24ppma (ASTM'79) 未満であれば、ウエーハの熱酸化処理を行った時にOSF密度を100個/cm<sup>2</sup>以下に抑制できること、あるいは発生しないことが確認された。

【0041】すなわち、調査によれば、一本の結晶を引上げ中に徐々に酸素濃度を下げていった時に、結晶全長にわたってOSFとなる核は存在するが、ウエーハの熱酸化処理を行った時にOSFが観察されるのは24ppmaまでで、24ppma未満ではOSFの核は存在するが、熱酸化処理によるOSFは発生していないことが判った。

【0042】ちなみに、成長結晶中の酸素濃度を24ppma未満にするには、従来から一般に用いられている方法で行えばよく、例えば、ルツボの回転数あるいは融液内温度分布等を調整して融液の対流を制御する等の手段により簡単に行うことができる。

【0043】なお、本発明により作製されたウエーハの熱酸化処理をした際に発生するOSFの密度は、100個/cm<sup>2</sup>以下と極めて低欠陥で、この程度のOSF密度ならば、エピタキシャルウエーハとした場合に、エピ

タキシャル層の結晶性に悪影響を及ぼすことはない。この場合、OSF密度の測定は、シリコン単結晶ウエーハに、1200℃/100分の熱処理を施したのち、ライト (Wright) 液で選択エッチング処理して測定した。

【0044】以下、本発明で使用するCZ法による単結晶引上げ装置の構成例を図4(a)により説明する。図4(a)に示すように、この単結晶引上げ装置30は、引上げ室31と、引上げ室31中に設けられたルツボ32と、ルツボ32の周囲に配置されたヒータ34と、ルツボ32を回転させるルツボ保持軸33及びその回転機構 (図示せず) と、シリコンの種結晶5を保持するシードチャック6と、シードチャック6を引上げるワイヤ7と、ワイヤ7を回転又は巻き取る巻取機構 (図示せず) を備えて構成されている。ルツボ32は、その内側のシリコン融液 (湯) 2 を収容する側には石英ルツボが設けられ、その外側には黒鉛ルツボが設けられている。また、ヒータ34の外側周囲には断熱材35が配置されている。

【0045】また、本発明の製造方法に関わる製造条件を設定するために、結晶の固液界面4の外周に環状の固液界面断熱材8を設けている。この固液界面断熱材8は、その下端とシリコン融液2の湯面3との間に5~10cmの間隔10を設けて設置されている。図4(b)に示したヒータを囲繞する断熱材35の上に設けられた上部断熱材9は、炉内温度条件によって使用するもので、その場合は、間隔10を調節することになる。さらに、冷却ガスを吹き付けたり、輻射熱を遮って単結晶を冷却する筒状の冷却装置 (不図示) を設けることもある。別に、最近では引上げ室31の水平方向の外側に、図示しない磁石を設置し、シリコン融液2に水平方向あるいは垂直方向等の磁場を印加することによって、融液の対流を抑制し、単結晶の安定成長をはかる、いわゆるMCZ法が用いられることも多い。

【0046】次に、上記の単結晶引上げ装置30による単結晶育成方法について説明する。まず、ルツボ32内でシリコンの高純度多結晶原料を融点 (約1420℃) 以上に加熱して融解する。次に、ワイヤ7を巻き出すことにより融液2の表面略中心部に種結晶5の先端を接触又は浸漬させる。その後、ルツボ保持軸33を適宜の方向に回転させるとともに、ワイヤ7を回転させながら巻き取り種結晶5を引上げるにより、単結晶育成が開始される。以後、引上げ速度と温度を適切に調節することにより略円柱形状の単結晶棒1を得ることができる。

【0047】この場合、本発明では、本発明の目的を達成するために特に重要であるのは、図4(a)または図4(b)に示したように、引上げ室31の湯面上の単結晶棒1中の液状部分の外周空間において、湯面近傍の結晶の融点から1400℃までの温度域が制御できるよう



に環状の固液界面断熱材8を設けたことと、断熱材35の上に上部断熱材9を配置したことである。

【0048】すなわち、この炉内温度を制御するために、図4(a)に示したように、引上げ室31内に環状固液界面断熱材8を設け、この下端と融液表面との間隔10を5~10cmに設定すればよい。こうすれば、上記結晶中心部分の温度勾配 $G_c$  [°C/cm]と結晶周辺部分の温度勾配 $G_e$  [°C/cm]との差 $\Delta G = (G_e - G_c)$ が0または負、すなわち結晶周辺の温度勾配と結晶中心の温度勾配が等しいか、あるいは結晶周辺の温度勾配の方が結晶中心より低くなるように炉内温度を制御することができる。別の方法としては、図4(b)に示したように、上記間隔10を調節すると共に、上部断熱材9を断熱材35の上に継ぎ足して上部空間からの放熱を制御する方法もある。

【0049】また、前記結晶成長時の引上げ速度の精度については、結晶定径部の成長長さ10cmごとに算出した引上げ速度の平均値 $\pm 0.01$  [mm/min]以内とすることが望ましく、引上げ速度の精度がこの範囲にあれば、上記炉内温度( $\Delta G$ )と引上げ速度条件値との相乗効果により、結晶全長に亘り、かつ、面内90%以上に円柱状のOSF領域またはその潜在核が存在するシリコン単結晶を安定して製造することができる。

【0050】以上述べたシリコン単結晶の製造方法で製造されたシリコン単結晶をスライスして得られるシリコン単結晶ウェーハは、ウェーハに熱酸化処理をした際に、結晶全面あるいは外周部を除いた全面にOSFまたはOSFの核が形成されることによりゲッタリング能力が著しく向上し、かつFPD、COP及びL/Dがウェーハ全面内に存在しないために酸化膜耐圧も良好な極低欠陥品である。そして、低酸素化を併用すれば、熱酸化処理をした際に発生するOSFの密度が100個/cm<sup>2</sup>以下の低密度となり、エピタキシャルウェーハの基板として、エピタキシャル層に悪影響を与えることなく、ゲッタリング能力を有するシリコン単結晶ウェーハを製造することができる。

【0051】

【実施例】以下、本発明の実施例を挙げて説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

(実施例1) 図4(a)に示した引上げ装置30で、24インチ石英ツボに原料多結晶シリコンを100Kgチャージし、直径8インチ、方位<100>、直筒長さ約1mのシリコン単結晶棒を引上げた。使用した炉内構造(ホットゾーン: HZ)は、湯面3と環状固液界面断熱材8の下端との間隔10を60mmに設定し、シリコン融液2の湯温を約1420°Cに保持した。そしてこの場合、磁場として3000 Gaussの横磁場を印加した。

【0052】以上の条件下で平均引上げ速度を0.6~0.3mm/minまで、10cm毎に0.05mm/

minづつ減速して変化させて、OSFが結晶バルク中心で消滅し、L/D領域が形成される様子を調査した。調査方法は、結晶を厚さ2mmに縦割りにし、表面の加工歪みをエッチング除去して2枚の試料を作製した。1枚は30分間セコ・エッチングを施した後、FPD、L/Dを観察した。また、残りの1枚については、1200°C/100分間の熱処理を施した後、ライト液で選択エッチング処理してOSFの発生状況を確認した。その結果をまとめて図1に欠陥分布図として示した。横軸は結晶直径方向、縦軸は引上げ速度である。図からOSFが帯状で逆M字型またはU字型に分布していることが判る。これを見ると、この炉内構造では、本発明品を得るためには、成長速度を0.47~0.45mm/minに制御すれば良いことが判る。

【0053】次に、上記調査・実験結果を元に、結晶面内全面がOSF領域である本発明品を結晶軸方向に拡大するために、最適成長速度(0.47~0.45mm/min)に設定し、結晶定径部の成長長さ10cmごとに算出した目標成長速度の平均値 $\pm 0.01$ 以内となるように制御して引上げた。こうして得られた単結晶棒を縦割りにし、前記同様欠分布を調査した。その結果を図2に示す。図から明らかなように最適成長速度を維持して引上げた部分はその全長に亘ってOSF領域が円柱状に分布し、OSF領域以外の外周が1-リッチ側のN-領域であることが判る。

【0054】別に上記と同条件で単結晶棒を引上げ、鏡面研磨仕上げウェーハに加工し、FPD、L/D、OSFの評価を行った。その結果、図3(a)に示したようなOSFが95%の円形に分布し、OSF領域以外の外周が1-リッチ側のN-領域であるウェーハであった。そして、FPD、L/Dは観察されなかった。なお、このウェーハの酸化膜耐圧特性は、C-モード良品率で100%となった。C-モード測定条件は、次の通りである。

- 1) 酸化膜厚: 25nm、
- 2) 測定電極: リンドープ・ポリシリコン、
- 3) 電極面積: 8mm<sup>2</sup>、
- 4) 判定電流: 1mA/cm<sup>2</sup>、
- 5) 判定: 絶縁破壊電圧が8MV/cm以上のものを良品と判定した。

【0055】(実施例2) 炉内構造を図4(b)に示したように、断熱材35の上に上部断熱材9を設置し、シリコン融液面3と環状固液界面断熱材8の下端との間隔10を50mmとした以外は実施例1と同じ条件で引上げた結果、実施例1とほぼ同じ品質の単結晶棒を得た。

【0056】(実施例3) 成長結晶中の酸素濃度を24ppma以下に抑えた以外は、実施例1と同条件で引上げ、欠陥を評価したところ、OSF領域におけるOSFの密度は、0~10個/cm<sup>2</sup>、平均約2個/cm<sup>2</sup>であり、極めて低密度であり、殆ど観察されなかった。



【0057】（実施例4）本発明の実施例で得たシリコン基板を用い、エピタキシャル成長を行った。実施例1で作製した基板にエピタキシャル層を通常行われている方法で成長させた。そして、エピタキシャル層の表面をライト液による選択エッチング処理を施し、観察したが、SF（積層欠陥、Stacking Fault）等の結晶欠陥は全く観察されず、極めて良好なエピタキシャルウエーハであった。

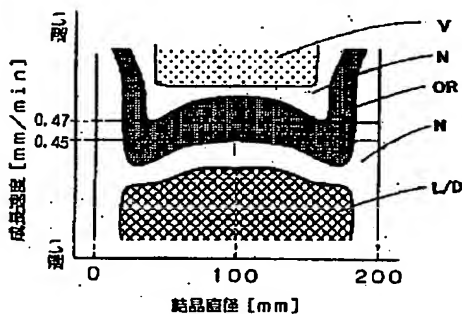
【0058】なお、本発明は、上記実施形態に限定されるものではない。上記実施形態は、例示であり、本発明の特許請求の範囲に記載された技術的思想と実質的に同一な構成を有し、同様な作用効果を奏するものは、いかなるものであっても本発明の技術的範囲に包含される。

【0059】例えば、上記実施形態においては、直径8インチのシリコン単結晶を育成する場合につき例を挙げて説明したが、本発明はこれには限定されず、直径10～16インチあるいはそれ以上のシリコン単結晶にも適用できる。また、本発明は、シリコン融液に水平磁場、縦磁場、カスプ磁場等を印加するいわゆるMCZ法にも適用できることは言うまでもない。

【0060】

【発明の効果】以上説明したように、本発明によれば、熱酸化処理をした際に、結晶全面あるいは外周部を除いた全面にOSFまたはOSFの核が形成されることによりゲッタリング能力が著しく向上し、かつFPD、COP及びL/Dがウエーハ全面内に存在しないウエーハを容易に高歩留りで作製することができる。そして、低酸素化を併用すればOSFも低密度となり、エピタキシャルウエーハの基板としてゲッタリング能力を有するシリコン単結晶ウエーハを製造することができる。

【図1】



\*【図面の簡単な説明】

【図1】本発明のシリコン単結晶軸方向における、結晶の径方向位置を横軸とし、成長速度を縦軸とした場合の諸欠陥分布図である。

【図2】本発明で作製した単結晶棒の軸方向の諸欠陥分布を表した縦断面説明図である。

【図3】本発明の引上げ条件で引上げた場合の結晶面内諸欠陥分布を表した説明図である。（a）本発明の引上げ条件で引上げた場合、（b）：（a）の外周を研削除去した場合。

【図4】本発明で使用したCZ法による単結晶引上げ装置の概略説明図である。（a）特定の炉内構造とした例、（b）：（a）の炉内構造に上部断熱材を付加した例。

【図5】従来の引上げ方法によるシリコン単結晶軸方向における、結晶の径方向位置を横軸とし、成長速度を縦軸とした場合の諸欠陥分布図である。

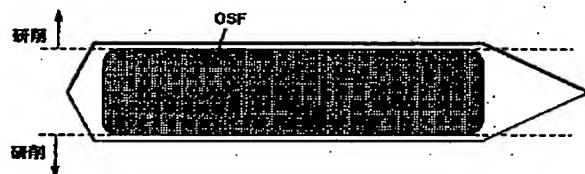
【図6】従来の引上げ方法における引上げ速度と結晶面内欠陥分布との関係を表した説明図である。（A）高速引上げの場合、（B）中速引上げの場合、（C）低速引上げの場合。

【符号の説明】

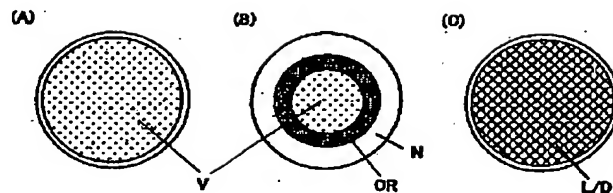
1…成長単結晶棒、2…シリコン融液、3…シリコン融液面（湯面）、4…固液界面、5…種結晶、6…シードチャック、7…ワイヤ、8…環状固液界面断熱材、9…上部断熱材、10…湯面と固液界面断熱材下端との間隔、30…単結晶引上げ装置、31…引上げ室、32…ルツボ、33…ルツボ保持軸、34…ヒータ、35…断熱材。V…V-リッチ領域、N…N-領域、OR…OSF領域、L/D…L/D領域（I-リッチ領域）。

\*30

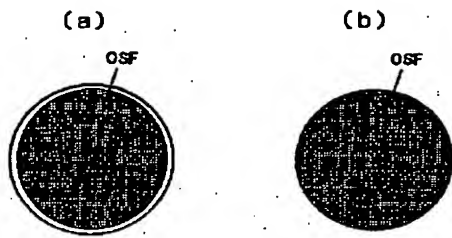
【図2】



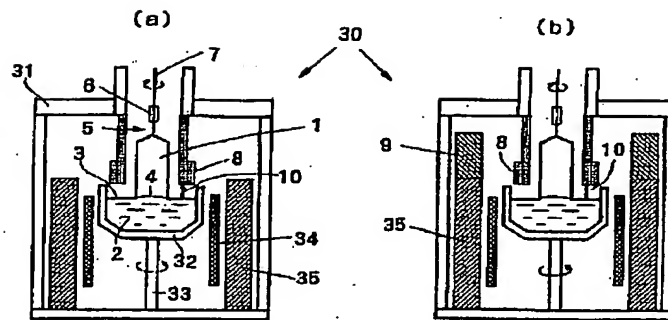
【図6】



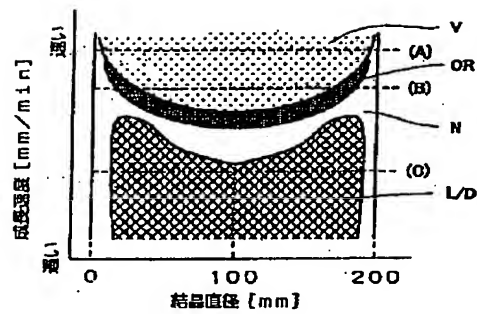
【図3】



【図4】



【図5】



フロントページの続き

(72)発明者 太田 友彦  
福島県西白河郡西郷村大字小田倉字大平  
150番地 信越半導体株式会社白河工場内

Fターム(参考) 4G077 AA02 AB01 BA04 EA07 ED04  
ED06 EG19 EH07 EH09 EJ02  
FE04 HA12 PA03 QA34 QA38  
QA71 TK01  
5F053 AA12 AA13 AA14 BB04 BB08  
BB13 DD01 FF04 GG01 HH10  
PP20 RR20

This Page is inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record

## BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ BLACK BORDERS
- ☒ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☒ COLORED OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REPERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images  
problems checked, please do not report the  
problems to the IFW Image Problem Mailbox**